

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2005 年10 月27 日 (27.10.2005)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2005/100282 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C04B 35/80, 38/00
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/002437
- (22) 国際出願日: 2005 年2 月17 日 (17.02.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-118077 2004 年4 月13 日 (13.04.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 石川
島播磨重工業株式会社 (ISHIKAWAJIMA-HARIMA
HEAVY INDUSTRIES CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1008182

東京都千代田区大手町二丁目2番1号 Tokyo (JP). 宇
部興産株式会社 (UBE INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒
7558633 山口県宇部市大字小串1978番地の96
Yamaguchi (JP).

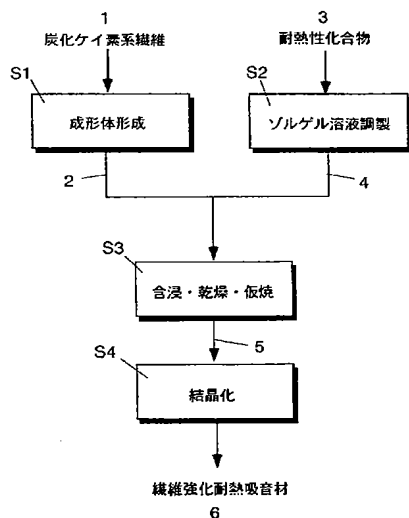
(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 大石 勉 (OISHI,
Tsutomu) [JP/JP]; 〒1008182 東京都千代田区大手
町二丁目2番1号 石川島播磨重工業株式会社内
Tokyo (JP). 田中 吉積 (TANAKA, Yoshizumi) [JP/JP];
〒7558633 山口県宇部市大字小串1978番地の
5 宇部興産株式会社内 Yamaguchi (JP). 宮本 典史
(MIYAMOTO, Norifumi) [JP/JP]; 〒7558633 山口県
宇部市大字小串1978番地の5 宇部興産株式会
社内 Yamaguchi (JP). 鈴木 道之 (SUZUKI, Michiyuki)
[JP/JP]; 〒7558633 山口県宇部市大字小串1978番
地の5 宇部興産株式会社内 Yamaguchi (JP). 佐藤 光

[続葉有]

(54) Title: FIBER-REINFORCED HEAT-RESISTANT SOUND-ABSORBING MATERIAL AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: 繊維強化耐熱吸音材とその製造方法



- 1 SILICON CARBIDE FIBER
3 HEAT-RESISTANT COMPOUND
S1 MOLDING FORMATION
S2 SOL-GEL SOLUTION PREPARATION
S3 IMPREGNATION/DRYING/CALCINATION
S4 CRYSTALLIZATION
6 FIBER-REINFORCED HEAT-RESISTANT
SOUND-ABSORBING MATERIAL

(57) Abstract: A process which comprises: a molding formation step in which a fibrous molding is formed from short fibers of silicon carbide having a heat resistance of 1,000°C or higher; a sol-gel solution preparation step in which a sol-gel solution containing a heat-resistant compound having a heat resistance of 1,000°C or higher is prepared; an impregnation/drying/calcinations step in which the fibrous molding is impregnated with the sol-gel solution, dried, and calcined; and a crystallization step in which the impregnated, dried, and calcined fibrous molding is crystallized.

(57) 要約: 1000°C以上の耐熱性を有する炭化ケイ素系繊維の短繊維から繊維成形体を形成する成形体形成ステップと、1000°C以上の耐熱性を有する耐熱性化合物を含むソルゲル溶液を調製するソルゲル溶液調製ステップと、前記繊維成形体にソルゲル溶液を含浸、乾燥、仮焼する含浸・乾燥・仮焼ステップと、含浸、乾燥、仮焼した繊維成形体を結晶化処理する結晶化ステップとからなる。

WO 2005/100282 A1



彦 (SATO, Mitsuhiro) [JP/JP]; 〒7558633 山口県宇部市大字小串 1 9 7 8 番地の 5 宇部興産株式会社内 Yamaguchi (JP).

(74) 代理人: 堀田 実 (HOTTA, Minoru); 〒1080014 東京都港区芝五丁目 2 6 番 2 0 号 建築会館 4 階 アサ国際特許事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

繊維強化耐熱吸音材とその製造方法

発明の背景

[0001]

発明の技術分野

[0002] 本発明は、ジェットエンジンの排気ノズル等に用いる繊維強化耐熱吸音材とその製造方法に関する。

関連技術の説明

[0003] 従来のジェットエンジンの排気ノズル等に用いる吸音材は、ハニカム構造の吸音材が用いられている。このハニカム構造の吸音材は、耐熱合金のハニカム、孔開き板及び背面板からなり、ヘルムホルツ共鳴器構造のリアクティブ形であり、孔開き板から入射する音波の背面板で反射される音波による反作用的相殺で減音させるものである。

[0004] このようなハニカム構造の吸音材は、高温の排ガス(例えば700～800K以上)の排ガスにより、孔開き板や内部のハニカムやその背面板が加熱され、大きく熱変形することがあった。例えば、孔開き板はステンレスやアルミニウムの板からなるので、加熱により損傷や熱変形を受け、更にハニカムとのロウ付け部が剥がれることがあった。

[0005] また、このような構造の吸音材では、吸音できる騒音の帯域が狭く、ジェットエンジンのような広帯域の騒音(例えば1000～4000Hz)を十分に消音できなかった。

[0006] そこで、耐熱性と広帯域の吸音を兼ね備えた種々の吸音材が提案されている(例えば、特許文献1～3参照)。

[0007] 特許文献1の「軽量セラミックス吸音材とその製造方法」は、多孔体である発泡セラミックスと、この発泡セラミックスの表面にセラミックス繊維を含む緻密層を重ねることにより、吸音材の耐熱衝撃性と吸音性能を共に高めたものである。

[0008] 特許文献2の「軽量CMC吸音材とその製造方法」は、SiCウィスカーを含むアルミナ系セラミックスからなり、気孔率が80～92%の多孔体で、嵩比重を変えずに炭化珪素繊維を添加し、流れ抵抗を制御することにより、吸音率を向上させたものである。

- [0009] 特許文献3の「多孔質吸音材とその製造方法」は、気孔を有する骨材により骨格を形成し、多孔質吸音材の気孔率が75%から85%であることを特徴とするものである。
特許文献1:特開平10-187163号公報
特許文献2:特開平10-194864号公報
特許文献3:特開2002-167290号公報
- [0010] 特許文献1の軽量セラミックス吸音材は、多層に数種類の吸音材を重ねたものであるため、その製造コストが高い。また、この吸音材は、セラミックスを発泡させて製造するものであるため、その気孔率が一定しないため、吸音効果を広帯域に広げることが困難である。
- [0011] 特許文献2の軽量CMC吸音材もセラミックスを発泡させて製造するものであるため、その気孔率が一定せず、広帯域な吸音効果が上げられない。
- [0012] 特許文献3の多孔質吸音材は、気孔率が75%から85%におよぶ多孔質セラミックスからなる多孔質吸音材であるため、所定の吸音効果を維持しつつ、吸音材としての強度を有し、ジェットエンジンのような広帯域の騒音に対する吸音効果が高い特徴を有する。
- [0013] しかし、高温高速の排気ガスにさらされると多孔質セラミックスが損耗してしまい機能を果たさなくなる。
- [0014] 上述したように、従来のハニカム構造吸音材では、ジェット騒音の低減に必要となる広帯域の吸音性能が得られず、かつ高温高速の排気ガスにさらされるとハニカム材が損傷してしまい機能を果たさなくなる。
- [0015] また、一般的なグラスウールは耐熱性が低く(300℃以下)、特許文献1-3の吸音材は、耐熱性は高いが、広帯域の吸音性能が安定して得られず、高温高速の排気ガスにより損耗しやすく、重量が重いという問題があった。
- [0016] 本発明はかかる問題点を解決するために創案されたものである。すなわち、本発明の目的は、ジェットエンジンのような高温高速の排気ガスにさらされても長期間損傷せず、ジェット騒音の低減に必要となる広帯域の吸音性能を有し、かつ軽量である繊維強化耐熱吸音材とその製造方法を提供することにある。

発明の要約

- [0017] 本発明によれば、1000℃以上の耐熱性を有する炭化ケイ素系繊維の短繊維からなる繊維成形体と、1000℃以上の耐熱性を有し前記繊維表面にコーティングされた耐熱性化合物とからなり、90%以上の気孔率を有する、ことを特徴とする繊維強化耐熱吸音材が提供される。
- [0018] また本発明によれば、1000℃以上の耐熱性を有する炭化ケイ素系繊維の短繊維から繊維成形体を形成する成形体形成ステップと、1000℃以上の耐熱性を有する耐熱性化合物を含むゾルゲル溶液を調製するゾルゲル溶液調製ステップと、前記繊維成形体にゾルゲル溶液を含浸、乾燥、仮焼する含浸・乾燥・仮焼ステップと、含浸、乾燥、仮焼した繊維成形体を結晶化処理する結晶化ステップとからなる、ことを特徴とする繊維強化耐熱吸音材の製造方法が提供される。
- [0019] 上記発明の構成及び方法によれば、1000℃以上の耐熱性を有する炭化ケイ素系繊維と耐熱性化合物を用いて繊維強化耐熱吸音材が製造されるので、繊維強化耐熱吸音材の耐熱性を本質的に高めることができる。また、耐熱性化合物を繊維成形体で強化した繊維強化耐熱吸音材であるため、ジェットエンジンのような高温高速の排気ガスにさらされても長期間損傷しない強度が得られる。さらに、含浸・乾燥・仮焼ステップと結晶化ステップにより、高い気孔率(90%以上)が得られるので、ジェット騒音の低減に必要となる広帯域の吸音性能が得られ、かつ軽量化できる。
- [0020] 本発明の好ましい実施形態によれば、前記含浸・乾燥・仮焼ステップにおいて、含浸、乾燥、仮焼を繰り返し、嵩密度が $0.07\text{g}/\text{cm}^3$ 以上、 $0.11\text{g}/\text{cm}^3$ 以下の繊維強化耐熱吸音材を得る。
- [0021] この構成及び方法により、ジェット騒音の低減に必要となる広帯域の騒音(例えば1000〜4000Hz)において、高い騒音吸収率が得られ、かつ軽量化できることが、実施例により確認された。
- [0022] 前記炭化ケイ素系繊維は、2族、3族及び4族の金属原子からなる群から選択され、その酸化物の炭素還元反応における自由エネルギー変化が負の値になる温度が、酸化ケイ素の炭素還元反応における自由エネルギー変化が負になる温度に比較して高温である金属元素を含有し、かつ酸素含有量が1〜13重量%の範囲内である、ことが好ましい。

- [0023] このような炭化ケイ素系繊維は、登録商標「チラノ繊維」として宇部興産株式会社から市販されており、約1500℃の高温に耐える耐熱性を有することが確認されている。
- [0024] 前記ゾルゲル溶液は、結晶化处理することによりバリウムオオスマライトの結晶を析出するに必要な量比で、Ba, Al, Si, Mgイオンまたはこれらの元素を構造中に含有する分子や錯イオンが溶解あるいは分散した溶液であり、前記耐熱性化合物は、 $\text{Ba Mg}_2 \text{Al}_6 \text{Si}_9 \text{O}_{30}$ で示される $\text{BaO} \cdot \text{Al}_2 \text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{MgO}$ 系酸化物である、ことが好ましい。
- [0025] このような $\text{BaO} \cdot \text{Al}_2 \text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{MgO}$ 系酸化物は、登録商標「BMAS」として宇部興産株式会社から市販されており、約1500℃の高温に耐え、かつ液相法で調製できる化合物であることが確認されている。
- [0026] 上述したように、本発明の繊維強化耐熱吸音材とその製造方法は、ジェットエンジンのような高温高速の排気ガスにさらされても長期間損傷せず、ジェット騒音の低減に必要な広帯域の吸音性能を有し、かつ軽量である、等の優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

- [0027] [図1]従来(特許文献3の多孔質吸音材)の垂直入射吸音率である。
- [図2]本発明の製造方法を示すフロー図である。
- [図3A]本発明の繊維強化耐熱吸音材(高嵩密度品)の拡大写真(100倍)である。
- [図3B]本発明の繊維強化耐熱吸音材(高嵩密度品)の拡大写真(100倍)である。
- [図4A]本発明の繊維強化耐熱吸音材(低嵩密度品)の拡大写真(100倍)である。
- [図4B]本発明の繊維強化耐熱吸音材(低嵩密度品)の拡大写真(100倍)である。
- [図5]本発明による繊維強化耐熱吸音材(高嵩密度品)の熱衝撃試験前後の垂直入射吸音率である。
- [図6]本発明による繊維強化耐熱吸音材(低嵩密度品)の熱衝撃試験前後の垂直入射吸音率である。

好ましい実施例の説明

- [0028] 以下、本発明の好ましい実施形態を図面を参照して説明する。なお、各図において共通する部分には同一の符号を付し、重複した説明を省略する。

- [0029] 図2は、本発明の製造方法を示すフロー図である。この図に示すように、本発明の繊維強化耐熱吸音材の製造方法は、成形体形成ステップS1、ゾルゲル溶液調製ステップS2、含浸・乾燥・仮焼ステップS3及び結晶化ステップS4からなる。
- [0030] 成形体形成ステップS1では、1000℃以上の耐熱性を有する炭化ケイ素系繊維1の短繊維から繊維成形体2を形成する。
- [0031] ゾルゲル溶液調製ステップS2では、1000℃以上の耐熱性を有する耐熱性化合物3を含むゾルゲル溶液4を調製する。
- [0032] 含浸・乾燥・仮焼ステップS3では、前記繊維成形体2にゾルゲル溶液4を含浸、乾燥、仮焼する。この含浸・乾燥・仮焼ステップにおいて、嵩密度が $0.07\text{g}/\text{cm}^3$ 以上、 $0.11\text{g}/\text{cm}^3$ 以下に達するまで、含浸、乾燥、仮焼を繰り返すのがよい。
- [0033] 結晶化ステップS4では、含浸、乾燥、仮焼した繊維成形体5を結晶化处理して繊維強化耐熱吸音材6を完成する。
- [0034] 炭化ケイ素系繊維1は、2族、3族及び4族の金属原子からなる群から選択され、その酸化物の炭素還元反応における自由エネルギー変化が負の値になる温度が、酸化ケイ素の炭素還元反応における自由エネルギー変化が負になる温度に比較して高温である金属元素を含有し、かつ酸素含有量が1〜13重量%の範囲内であるのがよい。
- [0035] また、この炭化ケイ素系繊維1は、密度が $2.7\sim 3.2/\text{cm}^3$ であり、重量割合で、Si:50〜70%、C:28〜45%、Al:0.06〜3.8%及びB:0.06%〜0.5%からなり、SiCの焼結構造からなる結晶性炭化ケイ素系繊維であるのがよい。
- [0036] このような炭化ケイ素系繊維は、登録商標「チラノ繊維」として宇部興産株式会社から市販されている、LoxおよびZMIグレードと呼ばれる繊維、或いは、更に耐熱性の高いSAグレードと呼ばれる繊維が適しており、約1500℃の高温に耐える耐熱性を有することが確認されている。
- [0037] ゾルゲル溶液4は、結晶化处理することによりバリウムオオスミライトの結晶を析出するに必要な量比で、Ba, Al, Si, Mgイオンまたはこれらの元素を構造中に含有する分子や錯イオンが溶解あるいは分散した溶液であるのがよい。
- [0038] このような $\text{BaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{MgO}$ 系酸化物は、登録商標「BMAS」として宇部興

産株式会社から市販されており、約1500°Cの高温に耐え、かつ液相法で調製できる化合物であることが確認されている。

[0039] なお耐熱性化合物は、液相法で調製できる化合物で、吸音材に必要な耐熱性を兼ね備えた化合物であればそれを限定するものではない。具体例としては、例えば、アルミニウム、マグネシウム、ケイ素、イットリウム、インジウム、ウラン、カルシウム、スカンジウム、タンタル、ニオブ、ネオジウム、ランタン、ルテニウム、ロジウム、ベリリウム、チタン、錫、ストロンチウム、バリウム、亜鉛、ジルコニウム、鉄のような元素の酸化物、これら金属の複合酸化物が挙げられる。

[0040] 複合酸化物の具体例としては、主結晶相が β -スポジューメンである $\text{LiO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ 系酸化物及び $\text{LiO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$ - Nb_2O_5 系酸化物、主結晶相がコージェライトである $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ - SiO_2 系酸化物、主結晶相がバリウムオスミライトである $\text{BaO} \cdot \text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ - SiO_2 系酸化物、主結晶相がムライト又はヘキサセルシアンである $\text{BaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ - SiO_2 系酸化物、主結晶相がアノーサイトである $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ - SiO_2 系酸化物が挙げられる。これらの複合酸化物の結晶相にはクリストバライトが含まれることがある。

実施例 1

[0041] (フェルトの調製)

成形体形成ステップS1において、チラノ繊維ZMIグレード(Si-Zr-C-O繊維)を用いフェルト状の繊維成形体2を調製した。フェルト状の繊維成形体2は、この例では繊維径14ミクロン、繊維長50mmの短繊維(チョップ)をランダムに積層し加圧して所定の気孔率(嵩密度)に成形した。嵩密度はフェルト状成形体の体積と重量から求め、気孔率は、嵩密度/構成材料の真密度×100%の式から求めた。なお、本発明において、繊維成形体の成形手段は、特に制限されず、連続繊維でフェルトを製造するメルトブローンなどの手段を用いることもできる。

[0042] (溶液の調製)

ゾルゲル溶液調製ステップS2では、BMAS生成用のゾル・ゲル溶液4を調製する。BMASは、宇部興産株式会社から市販されている $\text{BaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{MgO}$ 系酸化物であり、組成は $\text{BaMg}_2\text{Al}_6\text{Si}_9\text{O}_{30}$ で示され、鉱物名はバリウムオオスミライトであ

る。

[0043] ゼル・ゲル溶液の調製に使用する原料として、以下のものを使用する。

金属バリウム(Ba)、

エトキシマグネシウム($\text{Mg}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$)、

アルミニウムイソプロポキシド($\text{Al}(\text{O}\cdot\text{C}_3\text{H}_7)_3$)、

テトラエトキシシラン($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$)、

イソプロピルアルコール($\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$)、

アセチルアセトン($\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$)

[0044] ゼルゲル溶液調製ステップS2において、3つロフラスコを乾燥窒素で置換した後、イソプロピルアルコールを1200ml導入する。これに、金属バリウム8.1gを添加することでバリウムのアルコキシドを合成する。この溶液にエトキシマグネシウムを13.4g、アルミニウムイソプロポキシドを144.0g、テトラエトキシシラン(TEOS)を110.2g添加し、80℃で4時間以上攪拌し溶解する。更に、解膠剤としてアセチルアセトンを27.5g添加して、80℃-3時間攪拌しゼルゲル溶液を調製する。この溶液をBMAS生成用溶液4として使用する。

[0045] この溶液を乾燥後、1250℃-1時間大気中で焼成すると白色の粉末が得られた。この粉末をX線回折で調べたところ、バリウムオオスミライトの結晶が析出していることが確認された。

[0046] (吸音材の製造)

含浸・乾燥・仮焼ステップS3において、上記のゼルゲル溶液4に、所定の大きさに切断したフェルト状の繊維成形体2を含浸し、真空脱気し繊維成形体中に溶液を十分浸透させた。溶液から取り出した繊維成形体は、不要な溶液を除去できるような棚板の上で20分間静置した。不要な溶液を十分に除去した繊維成形体は、80℃-8時間乾燥器で乾燥させ、500℃-30分大気中で仮焼を行った。含浸、乾燥、仮焼の操作を、目的の嵩密度に到達するまで繰り返した。

[0047] この試験では、嵩密度が低密度の低嵩密度品(0.07-0.08g/cm³)と高密度の高嵩密度品(0.11g/cm³)の2種類を作製した。繰り返し回数は、低密度の場合は、2回繰り返し、高密度の場合は、8回繰り返した。

[0048] 所定回数の含浸、乾燥、仮焼処理を完了した試料は、結晶化ステップS4において1250℃-1時間窒素中で結晶化処理を行った。焼成終了後、必要サイズに加工して最終製品とした。

[0049] 図3A, Bと図4A, Bは、完成した本発明の繊維強化耐熱吸音材の拡大写真(100倍)であり、図3Aと図3Bは高嵩密度品、図4Aと図4Bは低嵩密度品である。また各図において図3Aと図4Aは上面、図3Bと図4Bは側面である。この図から、炭化ケイ素系繊維1は繊維径14ミクロン、繊維長50mmの短繊維(チョップ)からなり、繊維成形体2は炭化ケイ素系繊維1をランダムに積層したものであることがわかる。また、繊維表面にコーティングされた耐熱性化合物3は、繊維を結合するように表面に存在するが量的にはわずかであることがわかる。

[0050] 完成した繊維強化耐熱吸音材の嵩密度の測定結果を表1に示す。また、素材の重量割合は、以下の通り。

・高嵩密度品:チラノ:BMAS=0.53:0.47

・低嵩密度品:チラノ:BMAS=0.82~0.9 :0.18~0.1

また完成した繊維強化耐熱吸音材の気孔率は、

・高嵩密度品:0.96、低嵩密度品:0.97であった。

[0051] [表1]

吸音材の試験前の嵩密度測定結果

製品名	種別	番号	径 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	嵩密度 (g/cm ³)
高嵩密度品	A	1	43	75	12.4717	0.11
		2	43	75	11.4940	0.11
		3	43	75	12.0842	0.11
低嵩密度品	B	1・1	43	37.5	3.9389	0.072
		1・2	43	37.5	4.4269	0.081
		2・1	43	37.5	4.0866	0.075
		2・2	43	37.5	4.3600	0.080
		3・1	43	37.5	4.2310	0.078
		3・2	43	37.5	4.3757	0.080

[0052] 完成した繊維強化耐熱吸音材は、90%以上の気孔率を有し、広帯域に高い吸

音性能を有することが後述する試験で確認された。また、嵩比重が0.072〜0.11g/cm³の成形に成功し、多孔質吸音材の約1/4という軽量化も実現できた。

実施例 2

[0053] (耐熱衝撃試験)

上述した嵩密度の異なる2種類の繊維強化耐熱吸音材6について熱衝撃前後の吸音率、寸法および重量を計測した。

[0054] 熱衝撃サイクルとして、熱衝撃サイクル数:60サイクル、1サイクルあたりの時間:75分、最高定常温度/時間:610K(337℃)/35分、最高温度までの加熱時間:20分で行った

また、耐熱衝撃試験後の試料については、試験前後の寸法および重量変化を測定することで気孔形状変化の有無の目安とした。

[0055] 耐熱衝撃試験後の吸音材の嵩密度測定結果を表2に示す。

[0056] [表2]

吸音材の試験後の嵩密度測定結果

製品名	種別	番号	径 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	嵩密度 (g/cm ³)
高嵩密度品	A	1	43	75	12.4642	0.11
低嵩密度品	B	1・1	43	37.5	3.8957	0.072
		1・2	43	37.5	4.4087	0.081

[0057] 図5と図6は、本発明による高嵩密度品と低嵩密度品の熱衝撃試験前後の垂直入射吸音率である。各図において、横軸は周波数、縦軸は垂直入射吸音率であり、図中の実線は熱衝撃前、破線は熱衝撃後である。また、図1は、従来(特許文献3の多孔質吸音材)の垂直入射吸音率であり、図5と図6の熱衝撃試験前に相当する。

[0058] 図5、図6から、熱衝撃試験前後の垂直入射吸音率はほとんど同じであり、熱衝撃による性能低下はほとんどないことがわかる。また、図1との比較から、ジェット騒音の低減に必要となる1000〜4000Hzにおいて、従来より高い約95%以上の騒音吸収率が安定して得られていることがわかる。

実施例 3

[0059] (耐熱性評価試験)

嵩密度の異なる2種類の繊維強化耐熱吸音材6について評価した。この試験では、灯油を試験片に十分浸透させ、簀の子の上で余分な灯油を除去し、サンプルとした。次いで、試験片にライターで着火し、燃え尽きたところで調査を完了し、試験片を回収した。試験片は、燃焼試験前後の重量を測定した。なお、火炎温度は約1700℃であった。

[0060] 耐熱試験結果を、表3に示す。試験後の重量はいずれもわずかに増加しているが、これは未燃焼の灯油と試料表面に堆積した煤によるものと思われる。また、火炎温度約1700℃に10分以上曝しても、繊維強化耐熱吸音材6はなんらの損傷を受けておらず、約1500℃の高温に耐える耐熱性を有することが確認された。

[0061] [表3]

吸音材の耐熱性試験結果

製品名	種別	番号	試験前重量 (g)	灯油含浸重量 (g)	試験後重量 (g)	燃焼時間
高嵩密度品	A	2	11.50	60.81	11.69	11分20秒
低嵩密度品	B	3・1 (下)	8.60	64.60	8.78	11分11秒
		3・2 (上)				

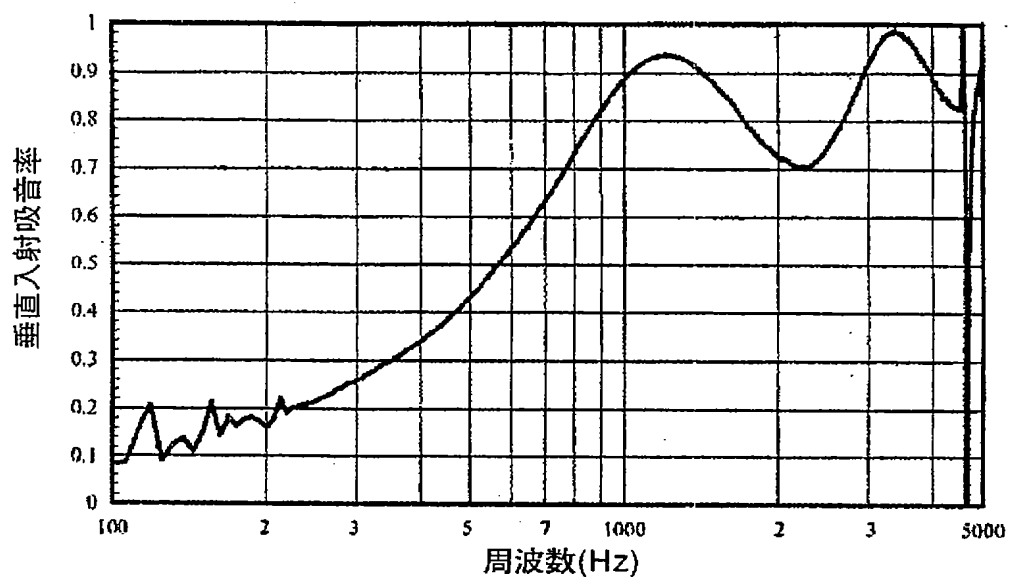
[0062] なお、本発明は上述した実施例及び実施形態に限定されず、本発明の要旨を逸脱しない範囲で種々変更できることは勿論である。

請求の範囲

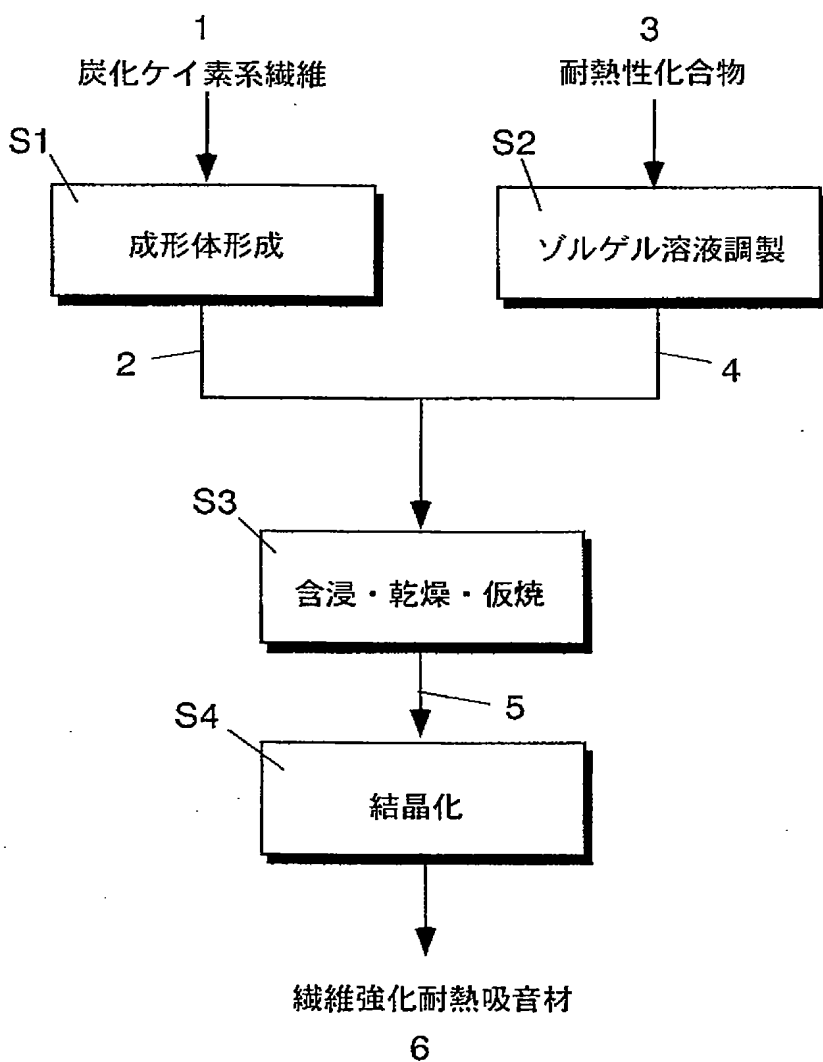
- [1] 1000℃以上の耐熱性を有する炭化ケイ素系繊維の短繊維からなる繊維成形体と、1000℃以上の耐熱性を有し前記繊維表面にコーティングされた耐熱性化合物とからなり、90%以上の気孔率を有する、ことを特徴とする繊維強化耐熱吸音材。
- [2] 嵩密度が $0.07\text{g}/\text{cm}^3$ 以上、 $0.11\text{g}/\text{cm}^3$ 以下である、ことを特徴とする請求項1に記載の繊維強化耐熱吸音材。
- [3] 前記炭化ケイ素系繊維は、2族、3族及び4族の金属原子からなる群から選択され、その酸化物の炭素還元反応における自由エネルギー変化が負の値になる温度が、酸化ケイ素の炭素還元反応における自由エネルギー変化が負になる温度に比較して高温である金属元素を含有し、かつ酸素含有量が1〜13重量%の範囲内である、ことを特徴とする 請求項1に記載の繊維強化耐熱吸音材。
- [4] 前記耐熱性化合物は、 $\text{BaMg}_2\text{Al}_6\text{Si}_9\text{O}_{30}$ で示される $\text{BaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{MgO}$ 系酸化物である、ことを特徴とする 請求項1に記載の繊維強化耐熱吸音材。
- [5] 1000℃以上の耐熱性を有する炭化ケイ素系繊維の短繊維から繊維成形体を形成する成形体形成ステップと、1000℃以上の耐熱性を有する耐熱性化合物を含むゾルゲル溶液を調製するゾルゲル溶液調製ステップと、前記繊維成形体にゾルゲル溶液を含浸、乾燥、仮焼する含浸・乾燥・仮焼ステップと、含浸、乾燥、仮焼した繊維成形体を結晶化処理する結晶化ステップとからなる、ことを特徴とする繊維強化耐熱吸音材の製造方法。
- [6] 前記含浸・乾燥・仮焼ステップにおいて、嵩密度が $0.07\text{g}/\text{cm}^3$ 以上、 $0.11\text{g}/\text{cm}^3$ 以下に達するまで、含浸、乾燥、仮焼を繰り返す、ことを特徴とする請求項5に記載の繊維強化耐熱吸音材の製造方法。
- [7] 前記炭化ケイ素系繊維は、2族、3族及び4族の金属原子からなる群から選択され、その酸化物の炭素還元反応における自由エネルギー変化が負の値になる温度が、酸化ケイ素の炭素還元反応における自由エネルギー変化が負になる温度に比較して高温である金属元素を含有し、かつ酸素含有量が1〜13重量%の範囲内である、ことを特徴とする請求項5に記載の繊維強化耐熱吸音材の製造方法。
- [8] 前記ゾルゲル溶液は、結晶化処理することによりバリウムオオスミライトの結晶を析

出するに必要な量比で、Ba, Al, Si, Mgイオンまたはこれらの元素を構造中に含有する分子や錯イオンが溶解あるいは分散した溶液である、ことを特徴とする 請求項5に記載の繊維強化耐熱吸音材の製造方法。

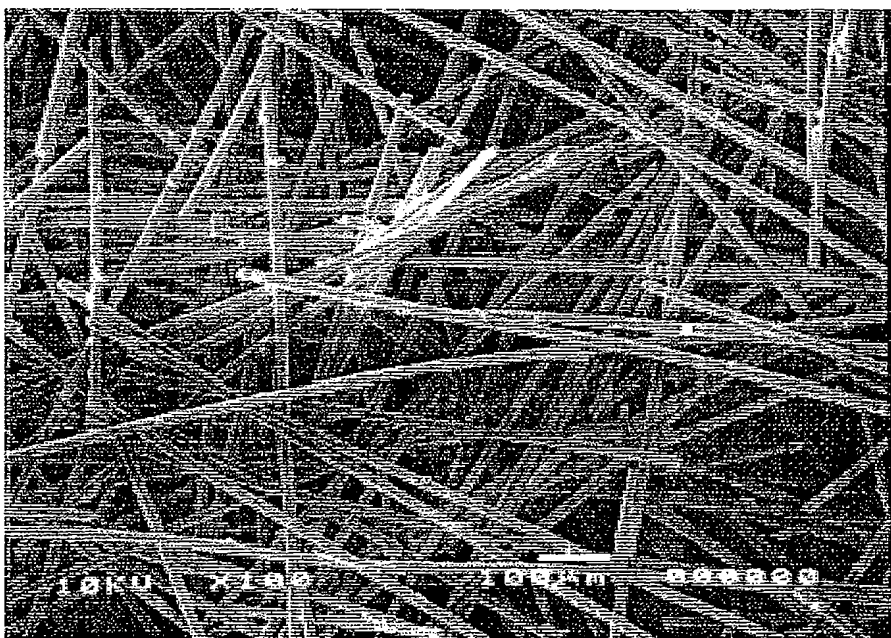
[図1]



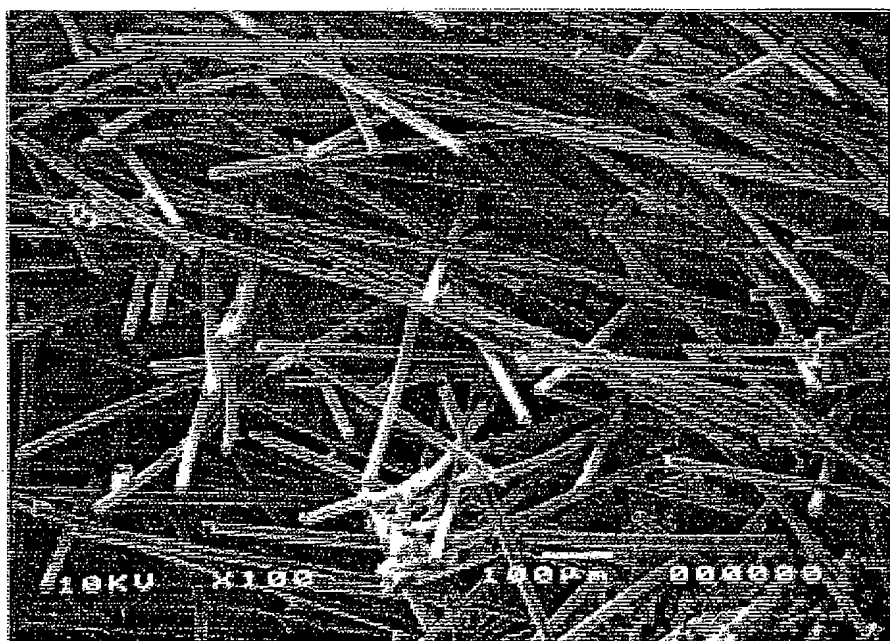
[図2]



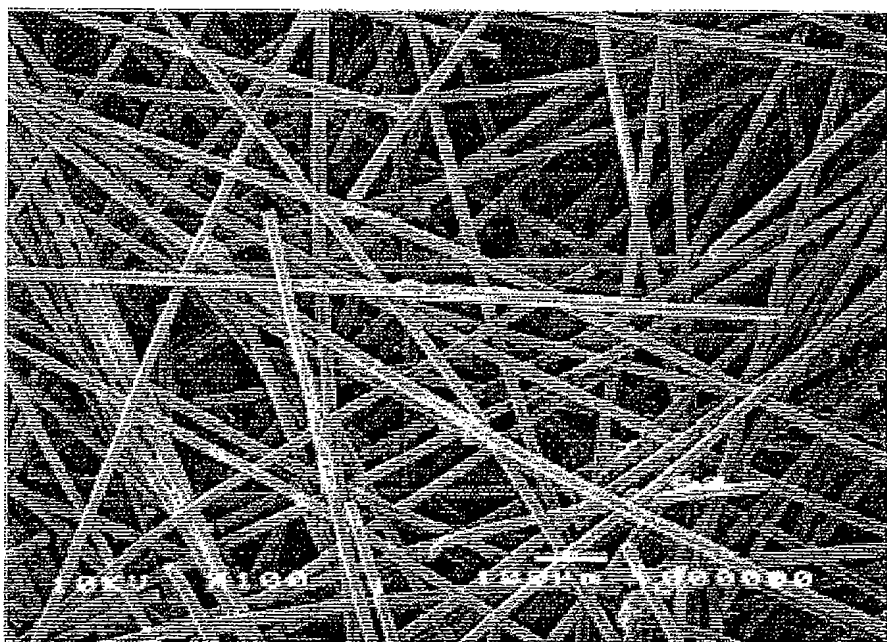
[図3A]



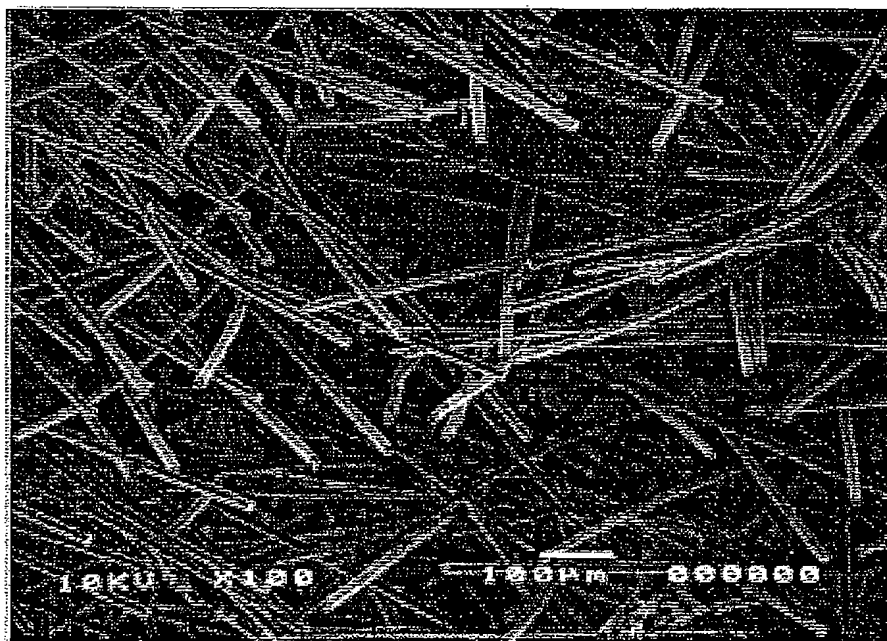
[図3B]



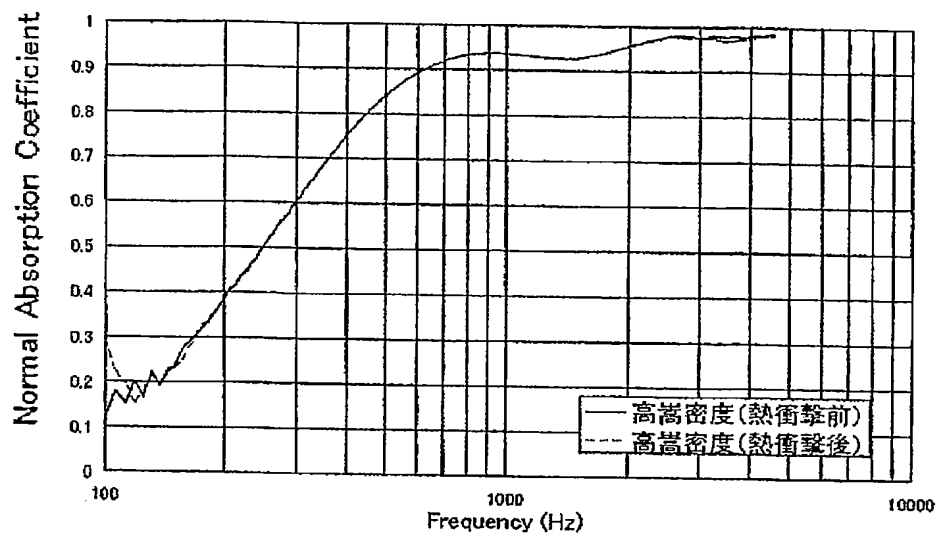
[図4A]



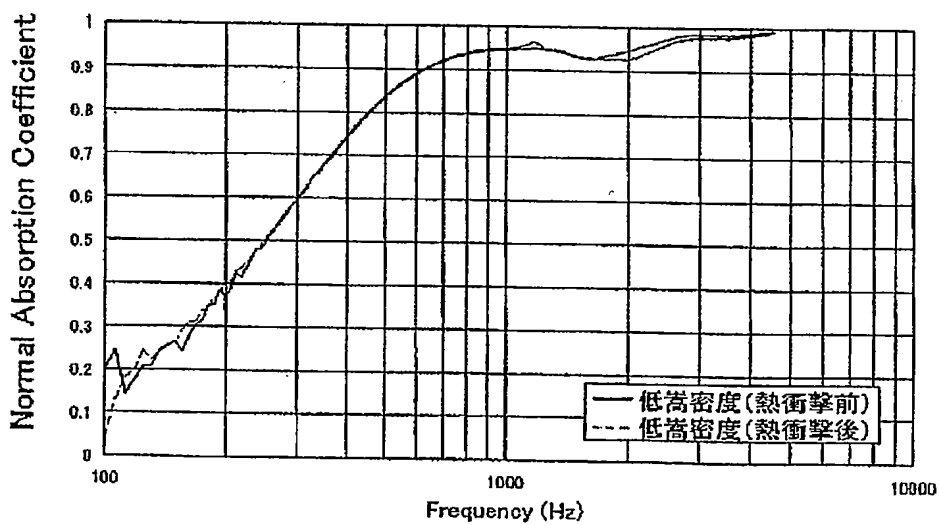
[図4B]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/002437

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ C04B35/80, 38/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C04B35/80, 38/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2001-10871 A (Oji Paper Co., Ltd.), 16 January, 2001 (16.01.01), Full text (Family: none)	1, 2, 5, 6 3, 4, 7, 8
Y	JP 2000-154066 A (RESEARCH INSTITUTE OF ADVANCED MATERIAL GAS-GENERATOR, LTD.), 06 June, 2000 (06.06.00), Par. Nos. [0007] to [0015], [0030] to [0031] & US 2001/8865 A1 & EP 987232 A2	3, 4, 7, 8
A	JP 10-194864 A (Ishikawajima-Harima Heavy Industries Co., Ltd.), 28 July, 1998 (28.07.98), Abstract & US 5895897 A & EP 851402 A2	1-8

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 May, 2005 (19.05.05)

Date of mailing of the international search report

07 June, 2005 (07.06.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl. ⁷ C04B 35/80 38/00		
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl. ⁷ C04B 35/80 38/00		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2005年 日本国登録実用新案公報 1994-2005年 日本国実用新案登録公報 1996-2005年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP 2001-10871 A (王子製紙株式会社) 2001. 01. 16, 全文 (ファミリーなし)	1, 2, 5, 6 3, 4, 7, 8
Y	JP 2000-154066 A (株式会社先進材料利用ガスジェネレート研究所) 2000. 06. 06, 段落0007-0015, 0030-0031 & US 2001/8865 A1 & EP 987232 A2	3, 4, 7, 8
A	JP 10-194864 A (石川島播磨重工業株式会社) 1998. 07. 28, 要約 & US 5895897 A & EP 851402 A2	1-8
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日	19. 05. 2005	国際調査報告の発送日 07. 6. 2005
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 大橋 賢一	4 T 8825
		電話番号 03-3581-1101 内線 3463